

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Комитет по делам  
изобретений и открытий  
при Совете Министров  
СССР

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

327202

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 16.VII.1970 (№ 1462510/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 26.I.1972. Бюллетень № 5

Дата опубликования описания 28.III.1972

М. Кл. С 07d 51/78

УДК 547.863.1.07  
(088.8)

Авторы  
изобретения

С. И. Бурмистров, Н. Е. Кульчицкая и В. Д. Романенко

Заявитель

Днепропетровский химико-технологический институт  
им. Дзержинского

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АРИЛАМИДОВ (1,2,3,4-ТЕТРАГИДРО-3-ОКСОХИНОКСАЛИЛ-2)-УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

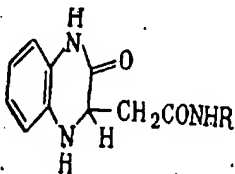
ВОСПОМОГАТЕЛЬНАЯ  
ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ  
БИБЛИОТЕКА

1

Изобретение относится к новому способу получения новых соединений, содержащих кетотетрагидрохиноксалиновый цикл и являющихся производными хиноксалина. Предлагаемые соединения могут найти применение в фармацевтической и химической промышленности.

Известен способ получения аналогичных кетотетрагидрохиноксалинов, например 1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2 - карбоксанилида, путем восстановления 3-гидроксихиноксалил-2-карбоксанилида дитионитом натрия в водном этаноле при нагревании в течение 1,5 час и выделения целевого продукта известными приемами. Выход продукта составляет 70—90%.

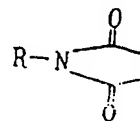
Предлагается способ получения ариламинов (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2) - уксусной кислоты формулы



где R — фенил, *п*-толил, *о*-нитрофенил, бензил, *п*-метоксифенил, 2-метокси-5-хлорфенил, кото-

2

рый заключается в том, что легкодоступные *N*-арилмиды маленной кислоты формулы



где R имеет указанное значение, подвергают взаимодействию с ароматическими *о*-диаминами в среде растворителя, например водного этилового спирта, при температуре около 100°C в течение 1—2 час. Целевой продукт выделяют известными приемами с выходом 70—85%.

Пример. Получение ариламида (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты.

В колбе с обратным холодильником и мешалкой растворяют при нагревании на водяной бане 10,8 г (0,1 г-моль) *о*-фенилендиамина в 300 мл воды и при перемешивании добавляют горячий раствор 17,3 г (0,1 г-моль) *N*-фенилмаленимида в 100 мл этилового спирта.

Образующийся целевой продукт мало растворим в водном этаноле и кристаллизуется в виде чуть желтоватых иголочек из горячего раствора. После 1,5—2 час нагревания на кипящей водяной бане реакционную массу охлаждают, выпавшее вещество отделяют филь-

трованием, промывают на фильтре водой, сушат. Получают продукта 22 г (79% от теоретического), т. пл. 220—223°C.

Найдено, %: С 68,00; Н 6,70; N 15,19.

$C_{16}H_{15}N_3O_2$ .

Вычислено, %: С 68,31; Н 5,37; N 14,94.

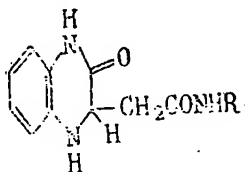
Аналогично получены и другие соединения, выходы, температуры плавления и результаты элементарного анализа которых приведены в таблице.

Соединение	А	Выход, %	Т. пл., °C	Брутто- формула	Результаты анализов					
					Углерод, %		Водород, %		Азот, %	
					найде- но	вычис- лено	найде- но	вычис- лено	найде- но	вычис- лено
Анилид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты *	Фенил	79	220—223	$C_{16}H_{15}N_3O_2$	68,00	68,31	6,70	5,37	15,19	14,94
<i>p</i> -Толлиламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	<i>p</i> -Толлил	72	251—253	$C_{17}H_{17}N_3O_2$	69,24	69,13	5,74	5,80	14,52	14,23
<i>o</i> -Нитрофениламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	<i>o</i> -Нитро- фенил	85	208—209	$C_{16}H_{14}N_4O_4$	59,10	58,89	4,82	4,32	17,20	17,17
Бензиламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	Бензил	75	244—245	$C_{17}H_{17}N_3O_2$	69,15	69,13	6,05	5,80	14,28	14,23
<i>p</i> -Метоксинамид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	<i>p</i> -Метокси- фенил	70	210—213	$C_{17}H_{17}N_3O_3$	—	65,68	—	5,50	13,45	13,50
2-Метокси-5-хлорфениламид (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты	2-Метокси- 5-хлор- фенил	78	214—216	$C_{17}H_{16}N_3O_3Cl$	—	59,04	—	12,20	12,20	12,15

\* Соединение выкристаллизовано из этилового спирта, остальные — из бутилового спирта.

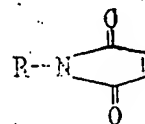
### Предмет изобретения

1. Способ получения ариламидов (1,2,3,4-тетрагидро-3-оксохиноксалил-2)-уксусной кислоты общей формулы



где R — фенил, *p*-толил, *o*-нитрофенил, бензил, *p*-метоксифенил, 2-метокси-5-хлорфенил, отличающийся тем, что ароматические *o*-диамины

подвергают взаимодействию с *N*-арилимидами малеиновой кислоты формулы



15 где R — имеет указанное значение, в среде органического растворителя с последующим выделением целевого продукта известными приемами.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс проводят при температуре около 100°C.

Составитель Л. Рубан

Редактор Е. Хорина

Техред З. Тарапенко

Корректор И. Шматова

Заказ 666/11

Изд. № 291

Тираж 448

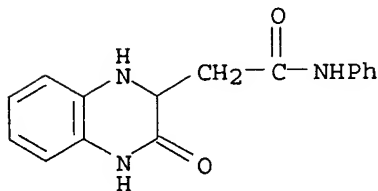
Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР  
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2

ANSWER 9 OF 9 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN  
 ACCESSION NUMBER: 1972:405524 CAPLUS  
 DOCUMENT NUMBER: 77:5524  
 TITLE: (1,2,3,4-Tetrahydro-3-Oxo-2-quinoxalyl)acetic acid  
 arylamides  
 INVENTOR(S): Burmistrov, S. I.; Kul'chitskaya, N. E.; Romanenko, V.  
 D.  
 PATENT ASSIGNEE(S): Dzerzhinskii, F. E., Chemical-Technological Institute,  
 Dnepropetrovsk  
 SOURCE: U.S.S.R. From: Otkrytiya, Izobret., Prom. Tovarnye  
 Znaki 1972, 49(5), 70-1.  
 CODEN: URXXAF  
 DOCUMENT TYPE: Patent  
 LANGUAGE: Russian  
 FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1  
 PATENT INFORMATION:

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	SU 327202		19720126	SU	19700716
GI	For diagram(s), see printed CA Issue.				
AB	The title compds. (I, R = Ph, p-tolyl, o-nitrophenyl, benzyl, p-methoxyphenyl, 2-methoxy-5-chlorophenyl) were prepared by treating aromatic o-diamines with maleic acid N-aryl amides in an organic solvent at 100°.				
IT	<b>36932-40-8P 36932-43-1P</b>				
	RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (preparation of)				
RN	36932-40-8 CAPLUS				
CN	2-Quinoxalineacetamide, 1,2,3,4-tetrahydro-3-oxo-N-phenyl- (9CI) (CA INDEX NAME)				



RN 36932-43-1 CAPLUS  
 CN 2-Quinoxalineacetamide, 1,2,3,4-tetrahydro-3-oxo-N-(phenylmethyl)- (9CI)  
 (CA INDEX NAME)

